

Gaseinlassorgan

Publication number: DE10064941

Publication date: 2002-04-11

Inventor: STRAUCH GERD (DE); KAEPPeler JOHANNES (DE);
DAUELSBERG MARTIN (DE)

Applicant: AIXTRON AG (DE)

Classification:

- international: **C23C16/455; C30B25/14; C23C16/44; C23C16/455;
C30B25/14; C23C16/44; (IPC1-7): C23C16/455**

- European: C23C16/455K10; C23C16/455A6; C23C16/455K4;
C23C16/455K12; C30B25/14

Application number: DE20001064941 20001223

Priority number(s): DE20001064941 20001223; DE20001061671 20000922

[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE10064941

.....
Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



⑥6 Innere Priorität:
100 61 671. 2 22. 09. 2000

⑦1 Anmelder:
Aixtron AG, 52072 Aachen, DE

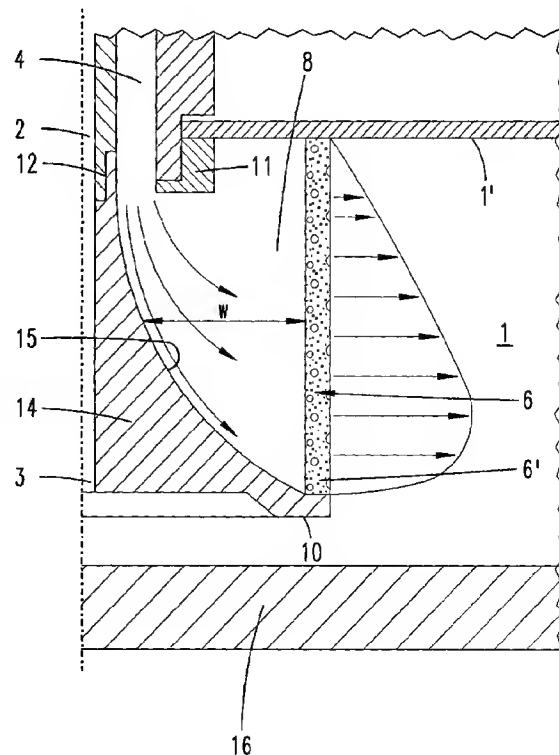
⑦4 Vertreter:
H.-J. Rieder und Kollegen, 42329 Wuppertal

⑦2 Erfinder:
Strauch, Gerd, 52072 Aachen, DE; Käppeler,
Johannes, 52146 Würselen, DE; Dauelsberg,
Martin, Dr., 52064 Aachen, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤4 Gaseinlassorgan

⑤7 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abscheiden von insbesondere kristallinen Schichten auf insbesondere kristallinen Substraten, wobei zumindest zwei Prozessgase getrennt voneinander durch ein Gaseinlassorgan oberhalb eines beheizten Suszeptors (16) in eine Prozesskammer (1) eines Reaktors eingeletet werden, wobei das erste Prozessgas durch eine zentrale Leitung (2) mit einer zentralen Austrittsöffnung (3) und das zweite Prozessgas durch eine dazu periphere Leitung (4) mit von einem gasdurchlässigen Gasauslassring (6) gebildeten peripheren Austrittsöffnung strömt, welcher Gasauslassring (6) eine ringförmige Vorkammer (8) umgibt. Zur Vermeidung einer parasitären Deposition im Bereich der peripheren Austrittsöffnung ist vorgesehen, dass zufolge einer Kegelstumpf- oder Rotationshyperboloid-Form einer von der Vorkammerrückwand (15) gebildeten Gasleitfläche der dem Suszeptor zugewandte Endabschnitt (6') des Gasauslassringes (6) bzw. der radial äußere Abschnitt der die zentrale Austrittsöffnung (3) umgebenden Stirnseite des Gasauslassorgans vom zweiten Prozessgas gekühlt wird.



[0001] Die Erfindung betrifft zunächst ein Verfahren zum Abscheiden von insbesondere kristallinen Schichten auf insbesondere kristallinen Substraten, wobei zumindest zwei Prozessgase getrennt voneinander durch ein Gaseinlassorgan oberhalb eines beheizten Suszeptors in eine Prozesskammer eines Reaktors eingeleitet werden, wobei das erste Prozessgas durch eine zentrale Leitung mit einer zentralen Austrittsöffnung und das zweite Prozessgas durch eine dazu periphere Leitung mit von einem gasdurchlässigen Gasauslassring gebildeten peripherer Austrittsöffnung strömt, welcher Gasauslassring eine ringförmige Vorkammer umgibt. Die Erfindung betrifft ferner ein Gaseinlassorgan für eine Vorrichtung zum Abscheiden von insbesondere kristallinen Schichten auf insbesondere kristallinen Substraten, mittels welchem zwei Prozessgase getrennt voneinander oberhalb eines beheizten Suszeptors in eine Prozesskammer eines Reaktors einleitbar sind, mit einer zentralen Leitung mit zentraler, stirnseitiger Austrittsöffnung für das erste Prozessgas und mit einer dazu peripheren Leitung mit peripherer Austrittsöffnung für das zweite Prozessgas, welche von einem gasdurchlässigen Gasauslassring gebildet ist, welcher eine ringförmige Vorkammer umgibt, deren radiale Weite zufolge einer im Längsschnitt unparallel zur zentralen Achse verlaufenden Rückwand zum freien Ende des rotationssymmetrischen Gasauslassorgans abnimmt.

[0002] Ein derartiges Gasauslassorgan ist bekannt und wird verwendet, um die Reaktionsgase insbesondere für einen MOCVD-Prozess in eine zylindersymmetrische Prozesskammer einzubringen, durch welche die Prozessgase in radialer Richtung strömen, um durch einen die Prozesskammer umgebenden Ring wieder auszutreten. Um das Gaseinlassorgan sind auf dem von unten insbesondere mittels Hochfrequenz beheizten Suszeptor planetenartig Substrate angeordnet, welche mit den Zerfallsprodukten der durch das Gaseinlassorgan eingebrachten Reaktionsgase beschichtet werden. Die Prozesskammer besitzt im Bereich des Gaseinlassorgans bzw. den unmittelbar in Radialauswärtsrichtung daran angrenzenden Bereich eine Einlasszone, in welcher die gasförmigen Ausgangsstoffe zerfallen. In Radialauswärtsrichtung schließt sich an diese Einlasszone eine Depositionszone an, innerhalb welcher die Zerfallsprodukte hin zum Substrat diffundieren, um dort zu einer einkristallinen Schicht zu kondensieren.

[0003] Bei der bekannten Vorrichtung tritt das zweite Prozessgas durch die periphere Zuleitung axial in das Zentrum der Prozesskammer. Als zweites Prozessgas wird beispielsweise TMG oder TMI zusammen mit einem Trägergas beispielsweise Wasserstoff verwendet. Das Gas tritt gegen eine von der im Wesentlichen glockenförmig verlaufenden Rückwand der Vorkammer gebildeten Prallwand. Der Gasauslassring besitzt kammartige Schlitze, durch welche das Gas von der Vorkammer in die Einlasszone der Prozesskammer strömen kann, um dort vorzerlegt zu werden. Durch die zentrale Zuleitung treten zusammen mit einem Trägergas die Metall-Hydride, bspw. Phosphin oder Arsen in die Prozesskammer ein. Die zentrale Öffnung ist nahe dem beheizten Suszeptors angeordnet. Dieses dort austretende Prozessgas strömt durch einen Spalt zwischen der Oberfläche des beheizten Suszeptors und der Stirnfläche des freien Endes des Gaseinlassorgans. Zuzufolge der Temperaturstrahlung des beheizten Suszeptors kann sich die Stirnfläche des Gaseinlassorgans aufheizen. Einhergehend damit heizt sich der gesamte Quarz-Körper, der den in die Prozesskammer ragenden Abschnitt des Gaseinlassorgans ausbildet, auf. Dabei kann insbesondere der dem freien Ende des Gaseinlassorgans zugeordnete Abschnitt der Vorkammer bzw. der

daran angrenzende Abschnitt des Gasauslassrings Temperaturen erreichen, bei welchen die durch die periphere Leitung zugeführten metallorganischen Verbindungen von Gallium oder Indium zerlegt werden, so dass in diesem Bereich der Vorkammer bzw. am Gasauslassring eine Deposition von Galliumarsenid oder Indiumphosphid auftritt. Diese parasitären Depositionen sind nachteilhaft.

[0004] Während Galliumarsenid bzw. Indiumphosphid auf heißen Oberflächen deponiert, kann es bei einem zu kalten äußeren Umfangsabschnitt der die zentrale Zuleitung umgebenden Stirnfläche dort zu Phosphor- oder Arsenkondensationen kommen. Auch dies ist nachteilhaft.

[0005] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Maßnahmen vorzuschlagen, um einerseits einer parasitären Deposition im Bereich der peripheren Austrittsöffnung und andererseits einer Kondensation der durch die zentrale Austrittsöffnung austretenden V-Komponente am radial äußeren Umfangsabschnitt der Stirnfläche des Gasauslassorgans entgegen zu wirken.

[0006] Gelöst wird die Aufgabe durch die in den Ansprüchen angegebene Erfindung. Der Anspruch 1 schlägt vor, dass zufolge einer Kegelstumpf- oder Rotationshyperboloid-Form einer von der Vorkammerrückwand gebildeten Gas-Leitfläche der dem Suszeptor zugewandte Endabschnitt des Gasauslassrings bzw. der radial äußere Abschnitt der die zentrale Austrittsöffnung umgebenden Stirnseite des Gasauslassorgans vom zweiten Prozessgas gekühlt wird. Dabei wird der aus der zweiten Zuleitung der Prozesskammer zuzuführende Gasstrom von der Gasleitfläche derart umgelenkt, dass er sich an der durch die Strahlung des Suszeptors aufgeheizten Rückwand des in die Prozesskammer ragenden Abschnittes des Gaseinlassorgans erwärmt. Die dabei abgeführte Wärme kühlt den suszeptornahen Abschnitt der Vorkammer bzw. des Gasauslassrings. Dabei kann die Form der Gasleitfläche so gewählt werden, dass die Kühlung nur in dem Maße auftritt, dass die Temperatur im Endabschnitt des Gaseinlassorgans in einem Temperaturfenster gehalten wird, welches nach unten begrenzt ist durch die Depositionstemperatur der V-Komponente und nach oben durch die Depositionstemperatur der III-V-Verbindung. Der Druck in der Vorkammer wird zufolge eines porösen Gasauslassrings bevorzugt größer gehalten, als der Prozesskammerdruck. Die Verwendung eines porösen Gasauslassrings hat zudem gegenüber dem kammartigen Gasauslassring den Vorteil, dass sich hinter den Kammzinken keine Wirbel bilden, die einer parasitären Deposition förderlich sind. Besteht das Gasauslassorgan bspw. aus einer Quarz-Fritte, so tritt das Prozessgas homogenisiert aus dem Gasauslassring aus, wobei das Strömungsmaximum des Strömungsprofils außermittig liegt und zwar versetzt hin zum freien Ende des Gaseinlassorgans. Der Krümmungsradius der im Längsschnitt konkaven Leitfläche ist an die Strömungsparameter angepasst. Bei höheren Volumensströmen wird der Krümmungsradius größer gewählt als bei kleineren Volumensströmen. Die Längsschnittskontur der Gasleitfläche kann dann insbesondere eine Gerade sein, so dass die Gasleitfläche insgesamt eine Kegelstumpfform bekommt. Um die Gasleitflächenkontur den verschiedenen Prozessparametern wie Temperatur und Gesamtströmungsvolumen anpassen zu können, ist erfindungsgemäß vorgesehen, dass der in die Prozesskammer ragende Abschnitt des Gaseinlassorgans als Auswechselteil ausgebildet ist. Dieses kann mit der Zuleitung verschraubt werden. Es handelt sich dabei bevorzugt um ein Quarz-Teil, welches auch Träger des Gasauslassrings ist. Der Gasauslassring besitzt eine von der Vorkammerrückwand gebildete kegelförmig oder rotationshyperboloidförmig gestaltete Gasleitfläche, die sich stufenfrei an die Zuleitung anschließt. Durch den an der

Gasleitfläche laminar entlangströmenden Gasstrom wird eine konvektive Kühlung erzielt. Durch den im suszeptornahen Bereich erhöhten Austrittsstrom aus dem Gasauslassring wird zudem ein Spüleffekt erzielt. Bei einem Galliumarsenid-Abscheidungsprozess wird die Temperatur des suszeptornahen Abschnittes des Gaseinlassorgans in einem Temperaturfenster zwischen etwa 200°C und etwa 400°C gehalten.

[0007] Ausführungsbeispiele der Erfindungen werden nachfolgend anhand beigefügter Zeichnungen erläutert. Es zeigen:

[0008] Fig. 1 ein erstes Ausführungsbeispiel eines Gaseinlassorgans,

[0009] Fig. 2 einen Schnitt gemäß der Linie II-II,

[0010] Fig. 3 einen Schnitt gemäß der Linie III-III,

[0011] Fig. 4 einen Schnitt gemäß der Linie IV-IV,

[0012] Fig. 5 ein zweites Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 1 und

[0013] Fig. 6-9 einen Umrüstsatz mit verschiedenen gestalteten Auswechselteilen.

[0014] Das Ausführungsbeispiel gemäß den Fig. 1 bis 5 stellt einen Ausschnitt aus einem MOCVD-Reaktor dar. Die Prozesskammer trägt die Bezugsziffer 1. Sie besitzt einen Boden 1' und Decke 1". Der Boden 1' ist die Oberfläche eines von unten mittels Hochfrequenz beheizten Suszeptors 16, welcher aus Graphit besteht. Im Zentrum der zylindersymmetrischen Prozesskammer 1 befindet sich das Gaseinlassorgan. Dieses besitzt eine zentrale Zuleitung 2, welche in eine zentrale Austrittsöffnung 3 mündet. Diese zentrale Austrittsöffnung liegt in einer Stirnseitenkammer des Gaseinlassorgans. Die Stirnseite ist einem Quarz-Körper 14 zugeordnet. Dieser besitzt eine kegelstumpfförmige Wandung, die eine Gasleitfläche 15 ausbildet für das aus einer peripheren Zuleitung 4 axial ausströmende Gas. Das aus der peripheren Zuleitung 4 ausströmende Gas strömt in eine zwischen Prozesskammerdecke 1" und Prozesskammerboden 1' angeordnete ringförmige Vorkammer 8, deren Rückwand von der Gasleitfläche 15 gebildet ist.

[0015] Die ringförmige Vorkammer 8 wird von einem porösen Gasauslassring 6, welcher als Quarz-Fritte gefertigt ist, umgeben. Durch diesen Gasauslassring kann das durch die periphere Leitung 4 einströmende zweite Prozessgas in einem homogenisierten Strömungsprofil austreten.

[0016] Der Vorkammer 8 ist eine Ringdrossel 7 mit einer Vielzahl von Durchtrittsöffnungen 9 vorgeordnet. Der Ringdrossel 7 wiederum ist eine Mischkammer vorgeordnet, in welche zwei Gaszuleitungen 5, 5' an den mit den Bezugsziffern 13 bzw. 13' bezeichneten Stellen münden.

[0017] Die in Fig. 5 dargestellte Ringdrossel 7 hat zufolge ihrer vergrößerten Dicke eine höher Drosselfunktion.

[0018] Die in den Fig. 6 bis 9 dargestellten Auswechselteile 14 können mittels einer Schraubverbindung 12 mit dem oberen Teil des Gaseinlassorgans, welches die zentrale Zuleitung 2 und die periphere Zuleitung 4 ausbildet, verschraubt werden. Mit diesem oberen Abschnitt ist auch eine Mutter 11 verschraubt, die eine Platte trägt, welche die Prozesskammerdecke 1' bildet. Der untere Abschnitt 6' des Gasauslassringes 6 ruht auf einem dünnwandigen radialen Ringvorsprung, der von dem Randabschnitt 10 des Auswechselteiles 14 gebildet ist. Oben stützt sich der Gasauslassring 6 an der besagten Platte bzw. an der Prozesskammerdecke 1' ab.

[0019] Die einzelnen Auswechselteile 14 der Fig. 6 bis 9 unterscheiden sich im Wesentlichen durch ihren Durchmesser und durch die Form ihrer Leitflächen voneinander. Die Leitflächen 15 der Auswechselteile der Fig. 6, 7 und 9 haben im Wesentlichen die Form eines Rotationshyperboloiden. In der dargestellten Längsschnittebene hat die Konturlinie der

Gasleitfläche 15 eine konkave Form, die sich sprungstellenfrei an die Wandung der peripheren in Achsrichtung verlaufende Leitung 4 anschließt, so dass sich entlang der Gasleitfläche 15 keine Wirbel bilden. Die außerhalb des Gasauslassringes 6 dargestellten Pfeile deuten das axiale Strömungsprofil an. Es ist zu erkennen, dass das Maximum dieses Profil dem suszeptornahen Ende 6' des Gasauslassringes näher liegt, als dem der Prozesskammerdecke 1' nahen Bereich des Gasauslassringes. Dies hat zur Folge, dass der suszeptornahen Bereich und damit auch der Randabschnitt 40 stärker konvektiv gekühlt wird. Die Weite W der Ringkammer 8 nimmt bei allen Ausführungsbeispielen in axialer Richtung von der Decke 1' zum Suszeptor 16 ab.

[0020] Bei dem in der Fig. 8 dargestellten Ausführungsbeispiel besitzt die Konturlinie der Gasleitfläche 15 des Längsschnittes die Form einer Geraden, so dass die Leitfläche 15 eine Kegelstumpfform besitzt. Diese Form wird bei großen Volumenströmen gewählt.

[0021] Der Suszeptor 16 ist von unten mittels einer nicht dargestellten Hochfrequenzheizung beheizt. Der Suszeptor 16 strahlt Wärme ab, die den Quarz-Körper 14 des Gasauslassorgans aufheizt. Durch die zentrale Austrittsöffnung 3 strömt das aus Arsen oder Phosphin und Wasserstoff bestehende erste Prozessgas. In dem Spalt zwischen dem Quarz-Körper 14 und der Oberfläche des Suszeptors 16 zerlegt sich das durch die Öffnung 3 heraustretende Arsen bzw. Phosphin. Die Zerlegungsprodukte werden in Radialrichtung weitertransportiert. Aus der peripheren Leitung 4 strömt TMG oder oder TMI zusammen mit Wasserstoff als zweites Prozessgas zunächst in die Vorkammer 8. Das aus der axialen Leitung 4 austretende Gas strömt laminar entlang der Leitfläche 15 und wird dabei um 90° umgelenkt. Es überströmt dabei den Randabschnitt 10. Da das aus der Leitung 4 strömende Gas nicht vorbeheizt ist, sondern im Wesentlichen Raumtemperatur besitzt, hat es gegenüber dem Quarz-Körper 14 eine kühlende Wirkung. Die Wärme wird dabei über die Leitfläche 15 aufgenommen. Insbesondere dort, wo die Materialstärke des Quarz-Teiles 14 am geringsten ist, nämlich im Bereich des Randabschnittes 10 entfaltet der Gasstrom seine größte Kühlwirkung. Dieser Bereich und insbesondere der dem Randabschnitt 10 benachbarte Gasauslassringabschnitt 6' werden deshalb vom Gasstrom am stärksten gekühlt. Die Prozesskammerdecke 1' ist unbeheizt. Demzufolge wäre der Bereich 6' des Gasauslassringes 6 ohne einen kühlenden Gasstrom am heißesten, da er dem heißen Suszeptor 16 am nächsten liegt. Zuzufolge der konvektiven Kühlung des aus der Leitung 4 tretenden Prozessgases wird der suszeptornahen Bereich 6' des Gasauslassringes 6 aber auf einer Temperatur gehalten, die im Wesentlichen der Temperatur des übrigen Bereiches des Gasauslassringes 6 entspricht. Diese Temperatur liegt höher, als die Kondensations-Temperatur des im Spalt zwischen dem Suszeptor 16 und dem Quarz-Körper 14 gebildeten Arsens oder Phosphors. Die Temperatur ist aber geringer, als die Depositionstemperatur der III-V-Verbindung.

[0022] Die Strömungsparameter sollen so eingestellt werden, dass der Gasauslassring über seine axiale Länge möglichst eine gleichbleibende Temperatur besitzt.

[0023] Die Anpassung des Verlaufs der Gasleitfläche 15 an die Prozessparameter erfolgt durch Austausch eines Auswechselteiles.

[0024] Alle offenbarten Merkmale sind (für sich) erfindungswesentlich. In die Offenbarung der Anmeldung wird hiermit auch der Offenbarungsinhalt der zugehörigen/beigefügten Prioritätsunterlagen (Abschrift der Voranmeldung) vollinhaltlich mit einbezogen, auch zu dem Zweck, Merkmale dieser Unterlagen in Ansprüche vorliegender Anmeldung mit aufzunehmen.

1. Verfahren zum Abscheiden von insbesondere kristallinen Schichten auf insbesondere kristallinen Substraten, wobei zumindest zwei Prozessgase getrennt voneinander durch ein Gaseinlassorgan oberhalb eines beheizten Suszeptors (16) in eine Prozesskammer (1) eines Reaktors eingeleitet werden, wobei das erste Prozessgas durch eine zentrale Leitung (2) mit einer zentralen Austrittsöffnung (3) und das zweite Prozessgas durch eine dazu periphere Leitung (4) mit von einem gasdurchlässigen Gasauslassring (6) gebildeten peripheren Austrittsöffnung strömt, welcher Gasauslassring (6) eine ringförmige Vorkammer (8) umgibt, **dadurch gekennzeichnet**, dass zufolge einer Kegeltumpf- oder Rotationshyperboloid-Form einer von der Vorkammerrückwand (15) gebildeten Gasleitfläche der dem Suszeptor zugewandte Endabschnitt (6') des Gasauslassringes (6) bzw. der radial äußere Abschnitt der die zentrale Austrittsöffnung (3) umgebenden Stirnseite des Gasauslassorgans vom zweiten Prozessgas gekühlt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1 oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck in der Vorkammer (8) zufolge eines porösen Gasauslassringes (6) größer ist, als in der Prozesskammer (1).
3. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass der Krümmungsradius der im Längsschnitt konkaven Leitfläche (15) bei höheren Volumen-Gasströmen größer gewählt ist.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass das Maximum des aus dem Gasauslassring (6) tretenden Gasstroms in der Längsschnittebene außermittig hin zum freien Ende (6') versetzt liegt.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass die Strömungsparameter und die Längsschnittkonturlinie der Gasleitfläche (16) derart aufeinander abgestimmt sind, dass die Temperatur des dem heißen Suszeptor (16) benachbarten Abschnitts des Gasauslassorgans größer ist als die Kondensationstemperatur des aus Phosphin oder Arsen pyrolytisch zerlegten Arsens bzw. Phosphors und niedriger ist, als die Depositionstemperatur von Galliumarsenid oder Indiumphosphid.
6. Gaseinlassorgan für eine Vorrichtung zum Abscheiden von insbesondere kristallinen Schichten auf insbesondere Schichten auf insbesondere kristallinen Substraten, mittels welchem zwei Prozessgase getrennt voneinander oberhalb eines beheizbaren Suszeptors (16) in eine Prozesskammer (1) eines Reaktors einleitbar sind, mit einer zentralen Leitung (2) mit zentraler stirnseitiger Austrittsöffnung (3) für das erste Prozessgas und mit einer dazu peripheren Leitung (4) mit peripherer Austrittsöffnung für das zweite Prozessgas, welche von einem gasdurchlässigen Gasauslassring (6) gebildet ist, welcher eine ringförmige Vorkammer (8) umgibt, deren radiale Weite (W) zufolge einer im Längsschnitt unparallel zur zentralen Achse verlaufenden Rückwand (15) zum freien Ende (6') des rotations-symmetrischen Gasauslassorgans abnimmt, gekennzeichnet durch eine von der Vorkammerrückwand gebildete kegeltumpfförmige oder rotationshyperboloidförmige Gasleitfläche (15) zum konvektiven Kühlen des suszeptornahen Abschnittes (6') des Gasauslassrin-

ges (6) mittels des an der Gasleitfläche (15) entlangströmenden Gases.

7. Gaseinlassorgan nach Anspruch 6 oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass der Gasauslassring (6) aus porösem Material besteht und insbesondere eine Quarz-Tritte ist.

8. Gaseinlassorgan nach Anspruch 6 und 7 oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass die Gasleitfläche (15) einem Auswechselteil (14) zugeordnet ist.

9. Gaseinlassorgan nach Anspruch 6, 7 und 8 oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass sich die Gasleitfläche (15) stufenfrei der Zuleitung (4) anschließt.

10. Gaseinlassorgan nach Anspruch 6, 7, 8 und 9 oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass das Auswechselteil (14) mit der Zuleitung (2, 4) verschraubbar oder im Wege eines Bajonettverschlusses verbindbar ist.

Hierzu 7 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

Fig. 1

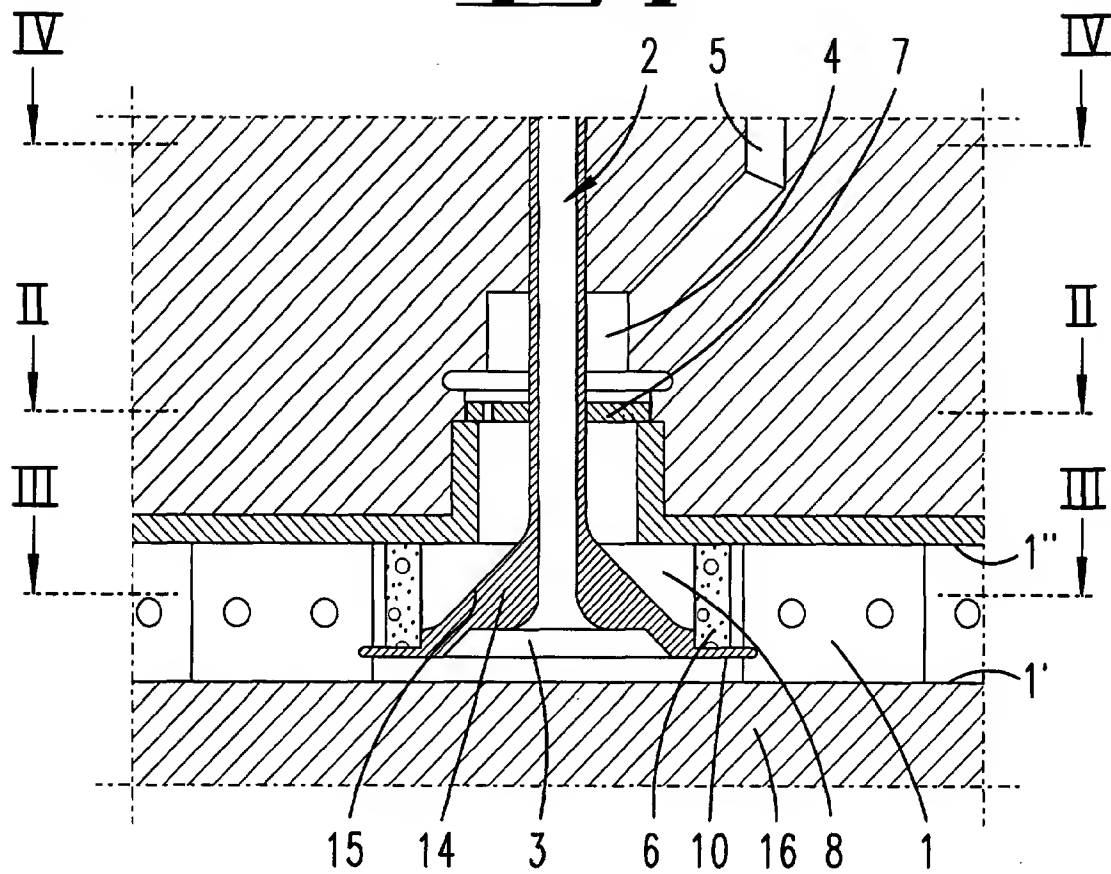


Fig. 2

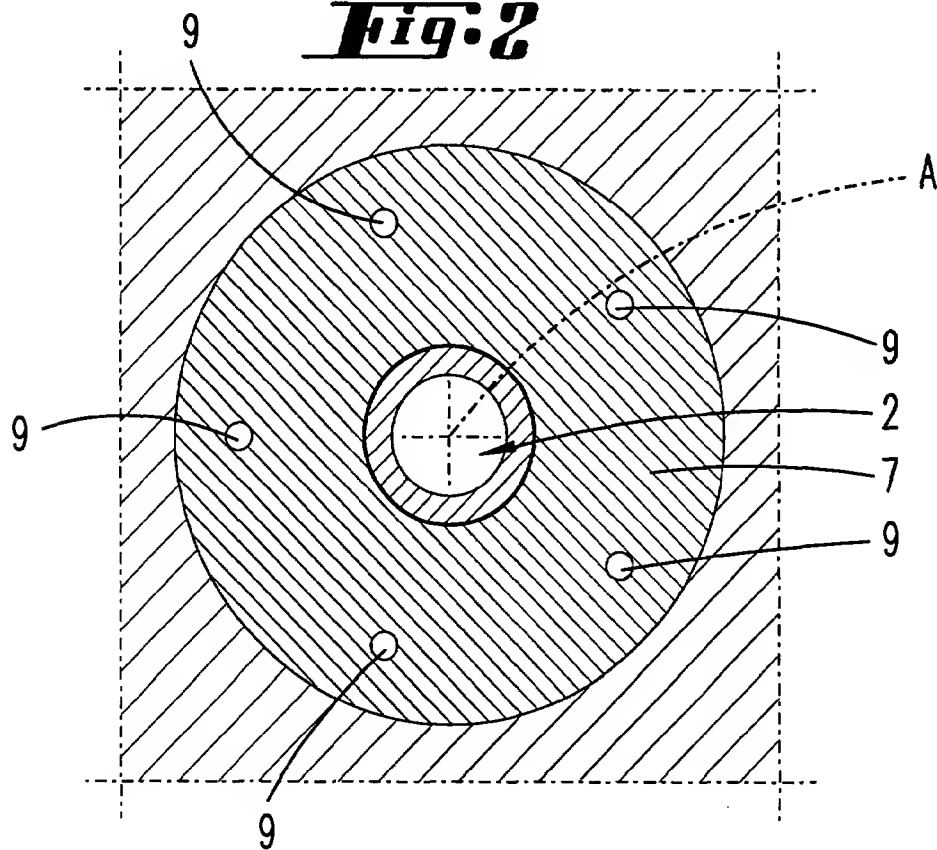


Fig. 3

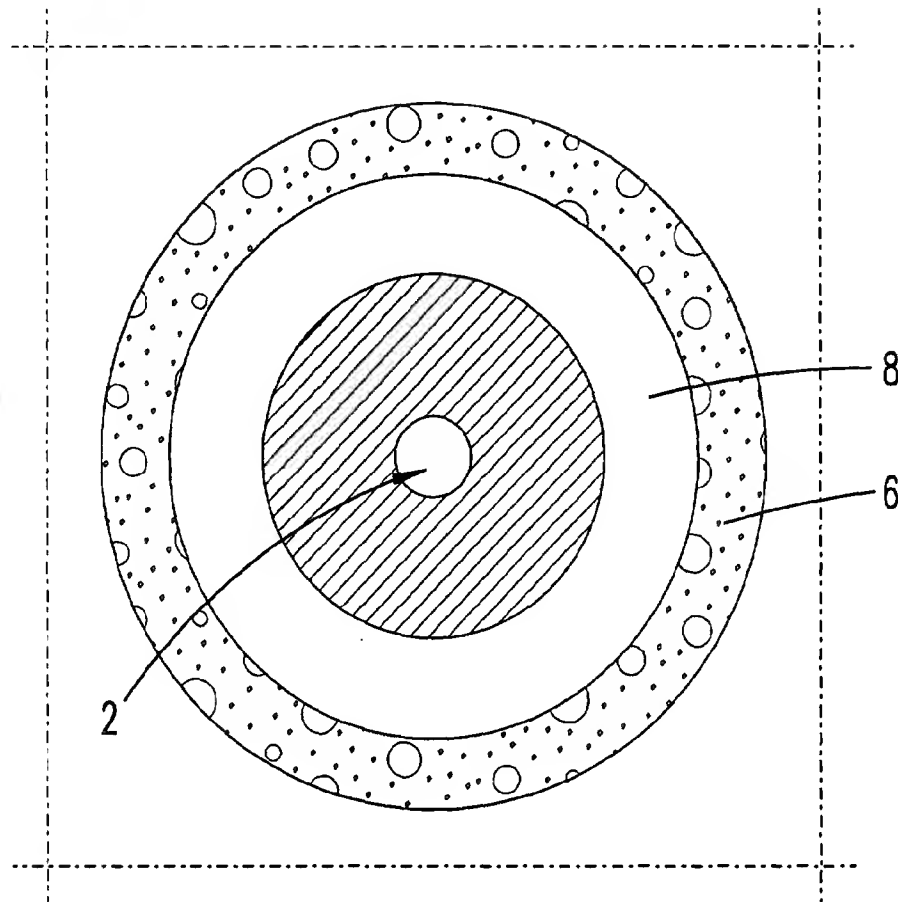


Fig. 4

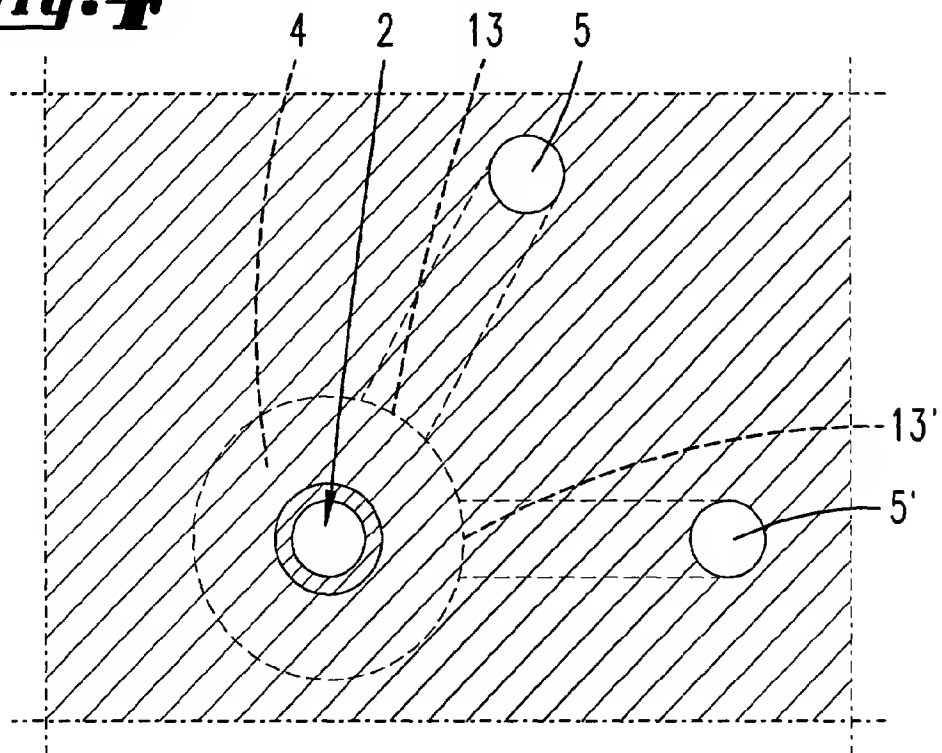


Fig. 5

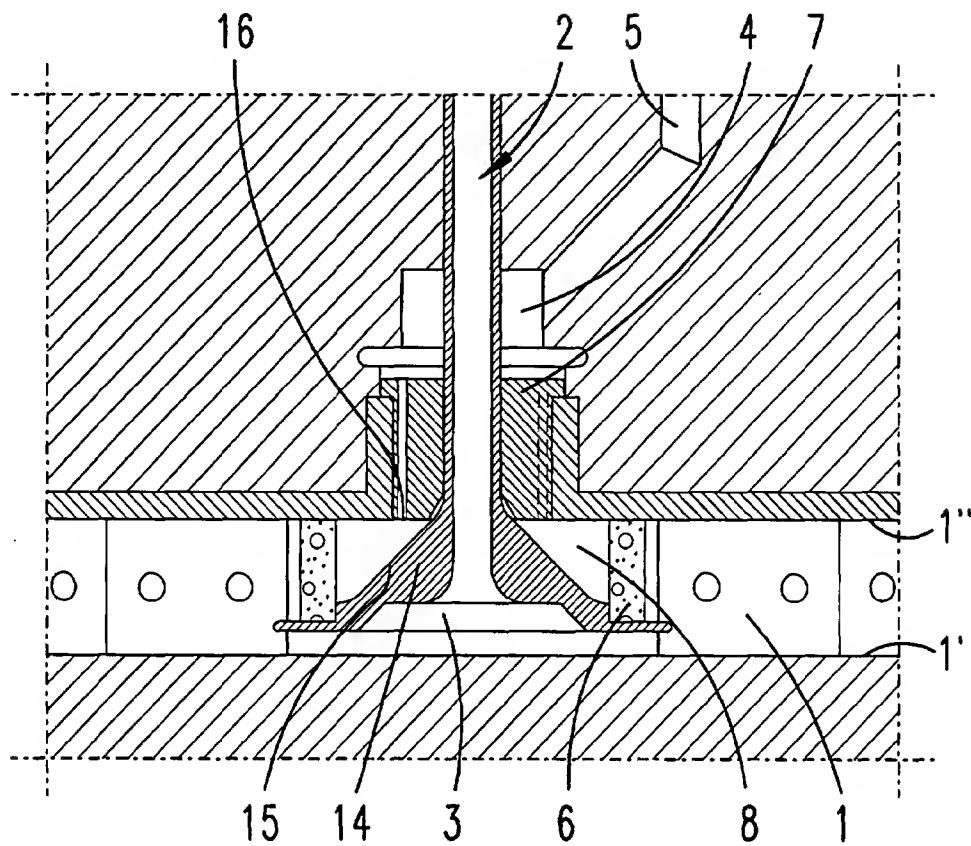
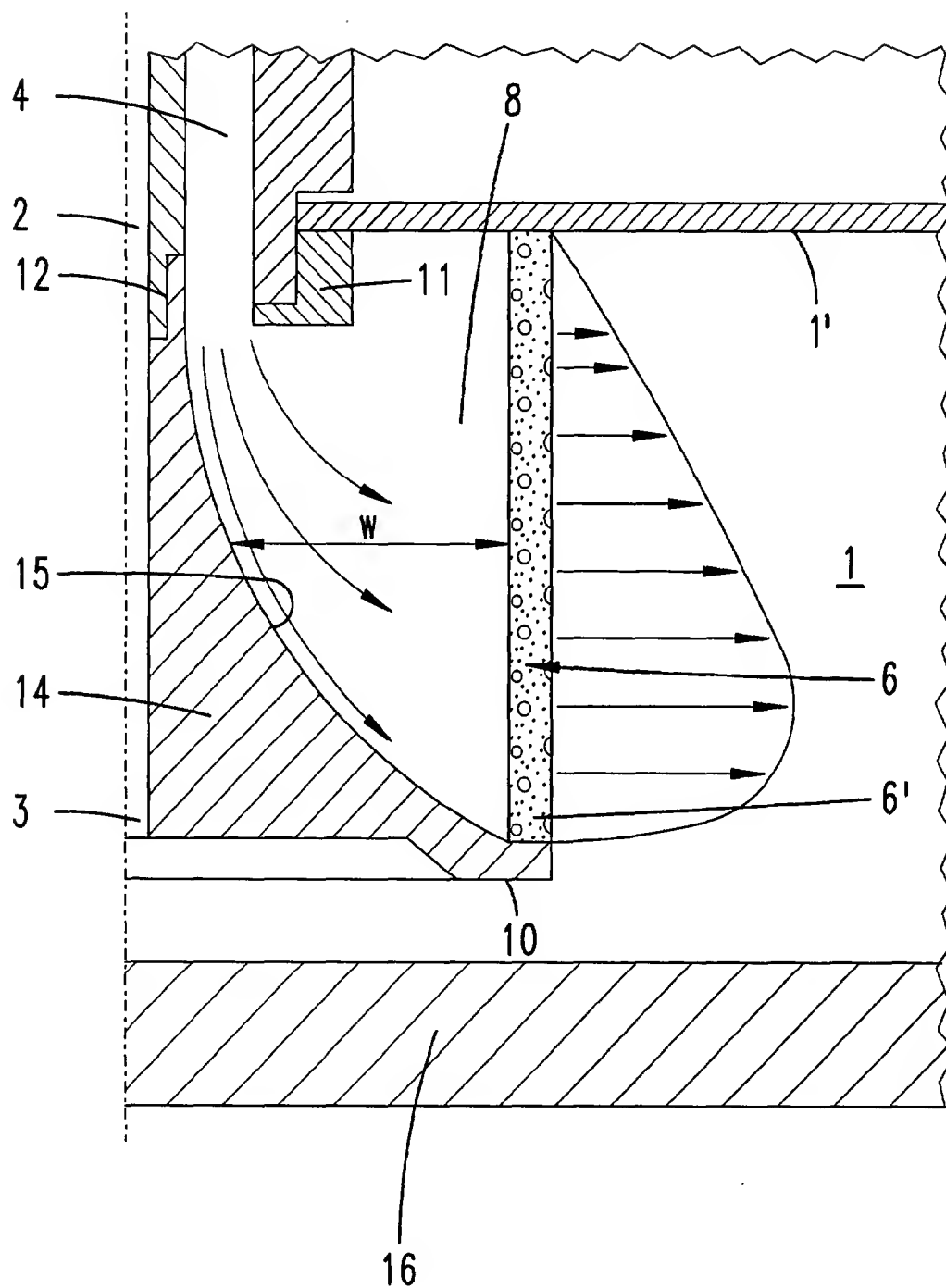


Fig. 6

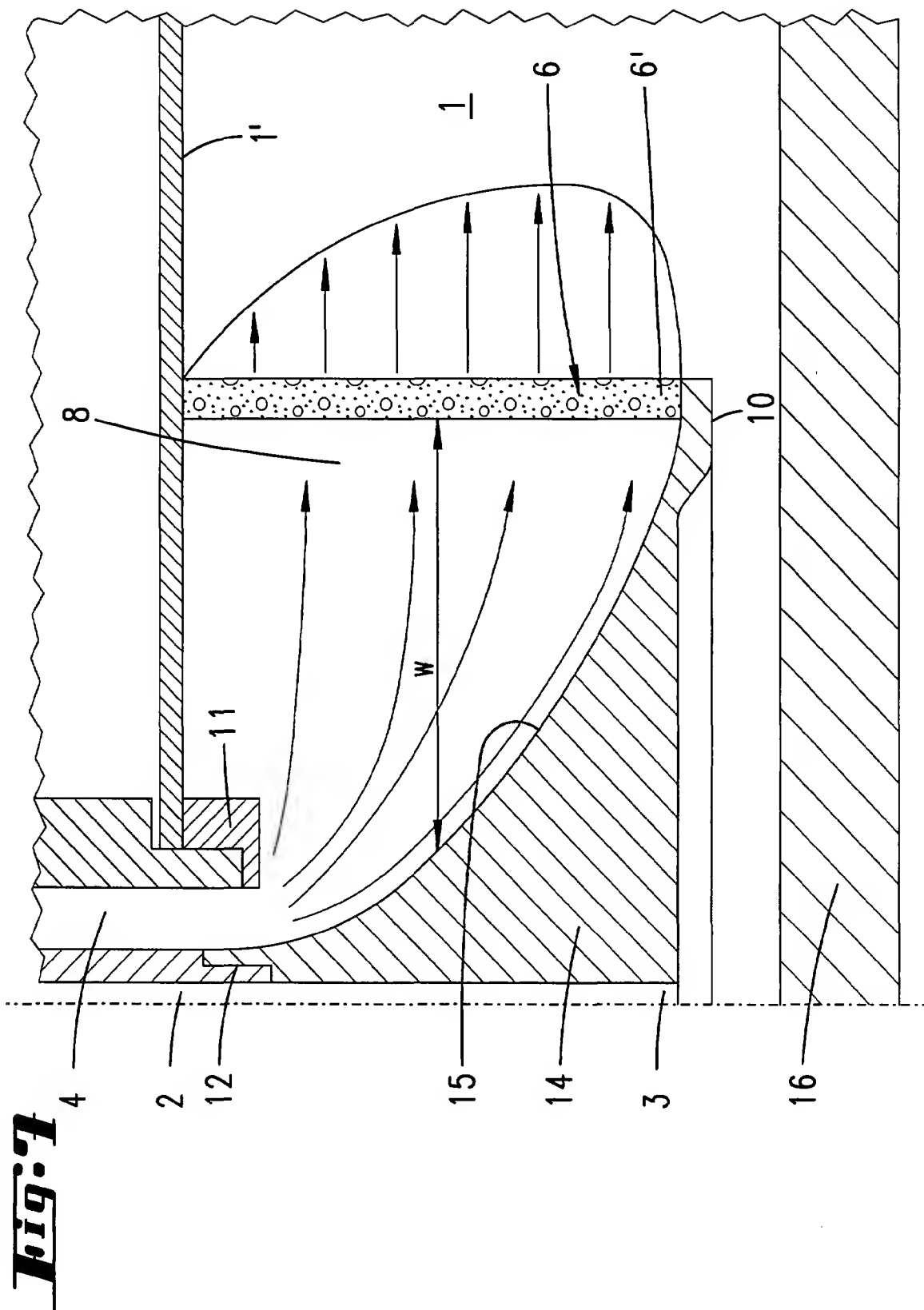


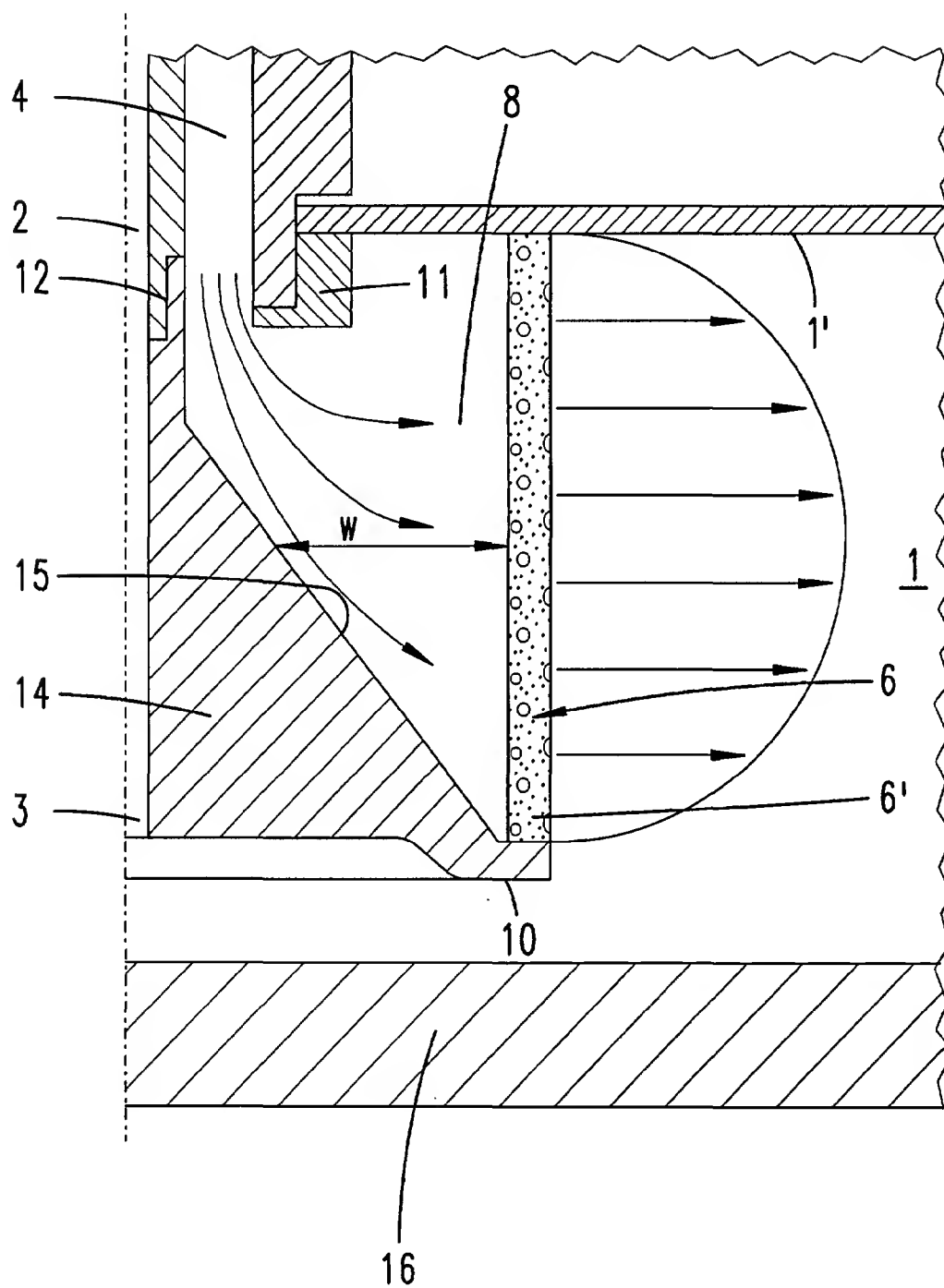
Fig. 8

Fig. 9

